

SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 06-2565-1992



Hidrogen peroksida teknis

Mutu dan cara uji kalium hidroksida teknis padat

1. Ruang lingkup

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji dan pengemasan kalium hidroksida teknis padat.

2. Definisi

Kalium hidroksida teknis padat adalah bahan kimia berbentuk padatan putih, yang bagian terbesar terdiri dari KOH dan digunakan untuk industri.

3. Syarat mutu

3.1 Kalium Hidroksida (KOH)	min 80 %
3.2 Kalium Karbonat (K₂CO₃)	maks. 3 %
3.3 Kalium Klorida (KCl)	maks. 0,2 %
3.4 Besi (Fe)	maks. 0,15 %

4. Cara pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan ketentuan SNI 19 - 0428 - 1989, Petunjuk pengambilan contoh padatan. Perlu dilakukan penanganan yang khusus oleh karena KOH merupakan bahan kimia yang dapat menyebabkan iritasi, sangat mudah menyerap air dan CO₂ dari udara.

5. Cara uji

Persiapan larutan contoh :

Timbang teliti sejumlah 25 gram contoh tambahkan kira-kira 100 ml air bebas CO₂. Sesudah didinginkan dalam temperatur ruang, pindahkan larutan kedalam labu ukur 250 ml dan encerkan dengan air sampai tanda tera kemudian dikocok. Pindahkan larutan contoh kedalam botol Polietelin untuk persiapan pengujian dan kocok larutan tersebut sebelum dipergunakan.

5.1 Kalium hidroksida dan kalium karbonat

5.1.1 Prinsip

Larutan barium klorida (BaCl_2) ditambahkan kedalam larutan contoh dan dititrasi dengan HCl dengan menggunakan phenolphthalein dalam alkohol sebagai indikator, untuk menguji kadar HOH. Kelebihan HCl yang ditambahkan dititrasi lagi dengan larutan NaOH untuk menguji kadar K_2CO_3 .

5.1.2 Perekasi

5.1.2.1 Larutan barium klorida (BaCl_2)

(10 % b/i) Larutan 11,7 gram BaCl_2 (dihydrate) ke dalam air dan encerkan sampai 100 ml.

5.1.2.2 Larutan phenolphthalein dalam alkohol (1 % b/i) Larutan 1 gram phenolphthalein kedalam 90 ml alkohol (95 % i/i) dan encerkan dengan air sampai 100 ml.

5.1.2.3 HCl 1 N

Tambahkan 1 liter air ke dalam 25 sampai 100 ml HCl. Pemeriksaan larutan baku. Panaskan sejumlah Na_2CO_3 dalam cawan porselin pada suhu 500°C - 650°C selama 40 sampai 50 menit dan kemudian dinginkan dalam desikator. Timbang teliti + 2 gram Na_2CO_3 tambahkan + 25 ml air untuk melarutkan.

Titrasi dengan HCl dengan menggunakan indikator Biru Bromphenol dalam alkohol (0,1 % b/i) sampai dicapai titik akhir. Tambahkan teliti 0,1 ml HCl berlebih, kemudian panaskan + 5 menit untuk menghilangkan CO_2 . Setelah didinginkan pada temperatur ruang, titrasi dengan larutan NaCM 10 N.

*) larutan Biru Bromphenol dalam alkohol (0,1 b/i) larutan 0,1 gram Biru Bromphenol dalam 20 ml alkohol (95 % b/i) dan encerkan dengan air sampai 100 ml.

5.1.2.4 HCl 10 N

Pipet 100 ml HCl 1 N ke dalam 1 liter lalu ukur, encerkan dengan air sampai tanda tera. Standardisasi larutan ini dengan cara 5.1.2.3.

5.1.2.5 NaOH 10 N

Ambil kira-kira 50 gram NaOH ke dalam botol polietilen. Tambahkan + 40 ml air. kocok botol tersebut sambil didinginkan dengan air mengalir, kemudian diamkan untuk beberapa hari dalam tempat dingin untuk menyiapkan larutan jenuh. Tentukan konsentrasi dari larutan jenuh, ambil cairan " supernatant " masukkan dalam 4 gram NaOH dan encerkan dengan air bebas CO₂ sampai 1 liter. Simpan larutan ini dalam botol polietilen yang dilengkapi dengan tabung "soda lime".

Pemeriksaan larutan baku.

Pipet 25 ml HCl 10 N masukkan kedalam keaker glass, tambahkan larutan biru Bromphenol dalam alkohol (0,1 % b/i) sebagai indikator, dan titrasi dengan larutan NaOH

5.1.3 Prosedur pengujian

Pipet 25 ml larutan contoh ke dalam labu ukur 300 ml bertutup asah. Tambahkan + 50 ml air bebas CO₂ dan + 25 ml larutan BaCl₂ (10 % b/i) kemudian kocok pelan-pelan. Tambahkan indikator phenolphthalein dalam alkohol (1 % b/i) dan titrasi dengan HCl 1 N, goyangkan labu pelan-pelan untuk memperpendek titik akhir dari warna merah jambu muda, kemudian titrasi dengan HCl 10 N sampai warna tidak kelihatan. Tambahkan dengan teliti 10 sampai 15 ml HCl 10 N, cuci dinding labu enlemeyer dengan air. Letakkan nyala kecil pada mulut labu dan panaskan pelan-pelan selama kira-kira 5 menit. Sesudah didinginkan pada suhu ruang, titrasi kembali dengan larutan NaOH 10 N, goyangkan pelan-pelan sampai larutan berwarna merah jambu muda.

5.1.4. Perhitungan :

$$\text{Kadar KOH} = \frac{0,05611 \times (C + D) \times 10}{S \times \frac{25}{250}} \times 100 \%$$

$$\text{Kadar K}_2\text{CO}_3 = \frac{0,006911 \times (E - F)}{S \times \frac{25}{250}} \times 100 \%$$

Dimana :

C = ml HCl 1 N x normalitasnya

D = HCl 10 N x normalitasnya

S = Berat contoh

E = ml HCl 10 N yang ditambahkan x normalitasnya

F = ml larutan NaOH 10 N x normalitasnya.

Catatan :

1. Volume HCl 10 N ditambah (E ml) yaitu antara 10 – 15 ml.
2. Perhatian berikut harus diuji untuk melindungi peralatan dari CO₂ dari udara.
 - a) Udara dalam labu erlenmeyer yang digunakan untuk titrasi harus belum lama dihilangkan dari CO₂ udara bebas. Tutup karet harus diambil dari mulut labu erlenmeyer bila larutan dalam labu dititrasi dengan HCl 1 N
 - b) Buret yang digunakan harus mempunyai bagian runcing kira-kira 70 mm panjangnya, sehingga dalam satu tetes larutan berisi kira-kira 0,03 ml.

5.2 Kalium klorida (KCl)

5.2.1 Prinsip.

Contoh dilarutkan dalam air, asam nitrat ditambahkan untuk membuat larutan asam lemah. Sejumlah tertentu AgNO₃ ditambahkan untuk mengendapkan AgCl. Nitrobenzen dan larutan Perri - Amonium - sulfat ditambahkan dan dititrasi kembali dengan amonium tiosianat untuk menguji KCl.

5.2.2 Pereaksi

5.2.2.1 Larutan phenolphthalein dalam alkohol (12 b/i)

5.2.2.2 Asam nitrat (1 : 1)

5.2.2.3 Larutan AgNO₃ 20 N

Larutan 8,5 gram AgNO₃ ke dalam air dan encerkan sampai 1 liter. Simpan larutan ini dalam botol coklat.

Pemeriksaan larutan baku.

Panaskan sejumlah NaCl dalam cawan porselin pada suhu 500° C - 650° C selama 40 - 50 menit kemudian dinginkan desikator.

Timbang 1,0 - 1,2 g NaCl dan larutkan dalam air. Pindahkan larutan ke dalam labu ukur 250 ml dan larutkan ke dalam air sampai tanda tera. Pipet 25 ml larutan, tambahkan + 25 ml air dan 5 tetes larutan $K_2Cr_2O_7$ (Kalium Bikhromat) 5% b/i) sebagai indikator. Kemudian titrasi dengan larutan perak nitrat ($AgNO_3$) dengan gerakan yang kuat (dengan stiror) sampai larutan berwarna. Larutan kalium khromat (5 % b/i). Larutkan 5,0 C kalium bikhromat dalam air dan encerkan sampai 100 ml.

5.2.2.4 Larutan ferri - amonium - sulfat.

Larutkan + 10 g ferri - amonium - sulfat dalam 80 ml air dan 10 ml asam nitrat (1 : 2)

5.2.2.5 Larutan amonium tiotianat 20 N

Larutan + 4 gram amonium tiotianat dalam air dan encerkan sampai 1 liter.

Pemeriksaan larutan baku :

Pipet 25 ml larutan $AgNO_3$ 20 N tambah + 25 ml air, 3 ml larutan ferri amonium sulfat, 5 ml asam nitrat (1:2) dan 10 ml Nitrobenzen. Titrasi dengan larutan amonium tiotianat dengan gerakan cepat (dengan stirer) sampai larutan berwarna coklat pucat.

5.2.2.6 Nitrobenzen

5.2.3 Prosedur Pengujian :

Timbang teliti sejumlah contoh (+ 50 g untuk KOH cair dan + 30 g untuk KHO padat). Untuk KOH cair masukkan contoh ke dalam beaker glass 300 ml dan tambahkan 50 ml air untuk mengencerkannya. Tambahkan 1 tetes indikator phenolphthalein dalam alkohol (1 % b/i), asam nitrat (1:1) untuk menentralkan larutan sambil dinginkan breaker glass dengan air. Tambahkan 2 - 3 ml asam nitrat (1 : 1) sebagai kelebihan. Titrasi larutan dengan $AgNO_3$ 20 N dengan gerakan kuat (dengan strirer) untuk mengendapkan $AgCl$ dan tambahkan teliti 2 ml $AgNO_3$ sebagai kelebihan. Tambahkan 2 - 3 ml nitrobenzene dan + 3 ml larutan ferri amonium sulfat, titrasi pelan-pelan dengan larutan amonium tiotianat 20 N dengan gerakan kuat sampai larutan berwarna coklat pucat.

5.2.4 Perhitungan :

$$\text{Kadar KCl} = \frac{0,00373 \times (H - J)}{S} \times 100 \%$$

Dimana :

H = ml larutan AgNO 20 N x normalitasnya

I = ml larutan amonium tioslanat 20 N x normalitasnya.

S = berat contoh

5.3 Besi (Fe)

5.3.1 Prinsip

Contoh dilarutkan dalam air HCl ditambahkan untuk membuat asam lemah. Larutan hidrosilamine hidroklorida ditambahkan untuk mereduksi besi. Larutan dapat amonium asetat ditambahkan untuk mengatur pH. Larutan ortho phenantrolin ditambahkan untuk memperjelas warna, dan absorbansi diukur untuk menguji kadar Fe.

5.3.2 Pereaksi

5.3.2.1 Larutan phenolphthalein dalam 90 ml alkohol (95% l/i) dan encerkan dengan air sampai 100 ml

5.3.2.2 HCl (1 : 1)

5.3.2.3 Larutan hidrosilamin hidroklorida (20 % b/i)

Larutkan 10 g hidrosilamin hidroklorida dalam air dan encerkan sampai 100 ml

5.3.2.4. Larutan dapat amonium asetat

Larutkan 100 g amonium asetat dalam 100 ml air, tambah 200 ml asam asetat dan encerkan dengan air 1 liter.

5.3.2.5 Larutan 0 - phananthroline (0,3 % b/i)

Larutan 0,3 g 0 - phenanthroline dalam 100 ml air panas.

5.3.2.6 Larutan beku Fe.

Timbang teliti 8,63 g ferri amonium sulfat, tambahkan 10 ml asam nitrat (1 : 6). Pindahkan larutan ke dalam labu ukur 1 liter dan encerkan dengan air sampai tanda tera. Pipet 10 ml larutan tersebut ke dalam labu ukur 1 liter yang lain, tambahkan 10 ml asam nitrat (1 : 6), dan encerkan sampai tanda tera, 1 ml larutan ini mengandung 0,01 mg Fe.

5.3.3 Alat

Photo electric photometer atau Spectrophotometer

5.3.4 Prosedur pengujian

Timbang 5,0 g contoh masukkan ke dalam breaker glass 100 ml tambahkan kira-kira 20 ml air untuk mengencerkan. Tambahkan 1 tetes indikator phenolphthalein dalam alkohol (1% b/i) dan kemudian tambahkan larutan HCl (1 : 1) untuk menetralkan. Untuk contoh KOH padat, larutan yang akan dinetralisasi dimasukkan dalam labu ukur 1 liter kemudian diencerkan dengan air sampai tanda tera, dan dipipet teliti 59 ml larutan ke dalam 100 ml breaker glass.

Tambahkan 1 ml HCl (1:1) sebagai kelebihan dan panaskan. Tambahkan 5 ml larutan hidroksilamin hidrokhlorida (10 % b/i) dan panaskan untuk mereduksi besi. Sesudah didinginkan, pindahkan larutan ke dalam labu ukur 100 ml dan tambahkan air sampai 80 ml. Tambahkan + 5 ml larutan buffer ammonium asetat untuk mengatur pH antara 2 sampai 4. Tambahkan 5 ml larutan 0 - phenanthroline (0,3 % b/i), larutkan dengan air sampai tanda tera dan kocok kuat-kuat. Biarkan 2 sampai 3 menit untuk memperjelas warna dan pindahkan kedalam "absorption cell " 10 sampai 80 mm. Sebagai larutan blanko, untuk contoh KOH padat ambil sejumlah larutan HCl (1 : 1) yang sama dengan volume HCl (1:1) untuk netralisasi. Sedangkan untuk contoh KOH padat volume HCl (1 : 1) yang diambil adalah 1/20 dari volume HCl (1 : 1) yang dibutuhkan untuk netralisasi.

Uapkan masing-masing larutan tersebut dalam " water bath " untuk mengeringkan . Tambahkan 20 ml air dan 1 ml HCl. Perlakuan selanjutnya sama dengan larutan contoh (tambahkan 5 ml hidroksilamin hidrokhlorida, dst). Gunakan larutan blanko ini sebagai larutan pembanding, ukur absorbansi dari larutan contoh pada panjang gelombang (λ) 510 nm dengan photometer.

5.3.5. Perhitungan

Perhitungan kadar Fe didapat dari kurva kalibrasi

Persiapan kurva kalibrasi.

Ambil beberapa larutan besi bervariasi dari 0 ml sampai 50 ml ke dalam beberapa breaker glass 100 ml. Encerkan masing-masing larutan dengan air sampai 50 ml, tambahkan 1 ml HCl (1 : 1) dan lakukan perlakuan seperti pada prosedur pengujian larutan contoh (tambahan 5 ml larutan hidroksilamin hidroklorida) (10 % b/i) dan seterusnya, untuk mempersiapkan kurva kalibrasi dalam hubungan antara kandungan besi dan absorbansi.

6. Pengemasan

Kalium hidroksida teknis padat dikemas dalam kemasan yang bermulut lebar, kemasan tidak bereaksi dengan isi dan mempertimbangkan keamanan dari produk dalam transportasi dan penyimpanannya.

Pada setiap kemasan dicantumkan nama perusahaan, kadar, berat produk dan tanda-tanda catatan segi bahaya bagi konsumen.



BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id